

BEST AVAILABLE COPY

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-138182

(43)Date of publication of application : 25.05.1999

(51)Int.Cl.

C02F 1/78  
// H01L 21/304

(21)Application number : 09-306989

(71)Applicant : KURITA WATER IND LTD

(22)Date of filing : 10.11.1997

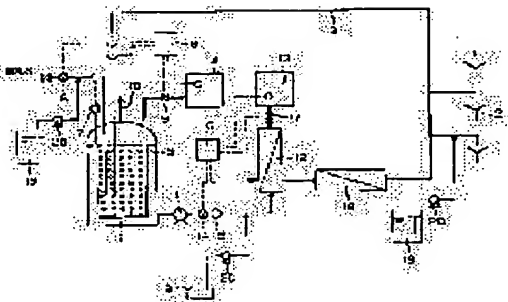
(72)Inventor : MORITA HIROSHI  
MIZUNAWA TETSUO  
IDA JUNICHI

## (54) OZONIZED ULTRAPURE WATER FEEDER

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide the ozonized ultrapure water feeder by which a requisite amt. of the ozonized ultrapure water is stably supplied to the point of use at a specified concn.

**SOLUTION:** This feeder has a storage tank 1 for holding the ozonized ultrapure water not used at the point 2 of use and the supplied ultrapure water, a device 5 for blowing an ozone-contg. gas into the tank 1, a first control mechanism for controlling the amt. of the ozone-contg. gas to be blown in accordance with the amt. of the ultrapure water supplied to the tank 1, a water feed pump 11 for discharging the ozonized ultrapure water from the tank 1, a dissolver 12 for bringing the ozone-contg. gas into contact with the water discharged from the tank 1, a second control mechanism to control the amt. of the ozone-contg. gas to be supplied to the dissolver 12 in accordance with the amt. of the water discharged from the tank 1 and the concn. of the dissolved ozone and a pipeline for feeding the water discharged from the dissolver 12 to the point 2 of use and returning the surplus ozonized ultrapure water not used at the point 2 to the tank 1.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## Translation of Claim 1 of JP 11-138182

Claim 1 An apparatus for supplying ultra-pure water containing dissolved ozone which comprises:

(A) a closed tank for reserving a mixture of surplus ultra-pure water containing ozone which has not been used at a point of use and supplied ultra-pure water;

(B) an apparatus for blowing a gas containing ozone which is supplied from an ozone generator into the tank;

(C) a first controlling mechanism which controls an amount of the gas containing ozone blown into the tank based on an amount of ultra-pure water supplied to the tank;

(D) a water conveying pump which takes out an ultra-pure water containing dissolved ozone from the tank;

(E) an apparatus for dissolving ozone into the ultra-pure water taken out from the tank by contacting the gas containing ozone supplied from an ozone generator with said ultra-pure water;

(F) a second controlling mechanism which controls an amount of the gas containing ozone supplied to the apparatus for dissolving ozone based on an amount of the ultra-pure water taken out from the tank and on a concentration of dissolved ozone in said ultra-pure water; and

(G) a piping for supplying an effluent of the ultra-water from the apparatus for dissolving ozone to a point of use and returning a surplus ultra-pure water containing ozone which has not been used at the point of use to the tank.

Translation of page 3, column 4, lines 30 to 39 of JP 11-138182

The working mechanism of the first controlling mechanism is not limited. For example, it is possible to send a signal from a flow meter 6 disposed in the supply piping of ultra-pure water or from a water level meter 7 of the tank to the controller 8 and change the value of electric current in the ozone generator in accordance with the amount of supply of the ultra-pure water to the tank and simultaneously it is possible to control an amount of the gas containing ozone to be blown into the tank with an apparatus for controlling the amount of the gas containing ozone. As the apparatus for controlling the amount of the gas containing ozone, for example, a mechanism for adjusting the opening of valve 9 disposed in the piping of the gas containing ozone can be utilized.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 1 - 1 3 8 1 8 2

(43) 公開日 平成 1 1 年 ( 1 9 9 9 ) 5 月 2 5 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>

C02F 1/78

// H01L 21/304

識別記号

庁内整理番号

341

F I

C02F 1/78

H01L 21/304

技術表示箇所

341

2

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 9 - 3 0 6 9 8 9

(22) 出願日 平成 9 年 ( 1 9 9 7 ) 1 1 月 1 0 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 1 0 6 3

栗田工業株式会社

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号

(72) 発明者 森田 博志

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田工業株式会社内

(72) 発明者 水庭 哲夫

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田工業株式会社内

(72) 発明者 井田 純一

東京都新宿区西新宿 3 丁目 4 番 7 号 栗田工業株式会社内

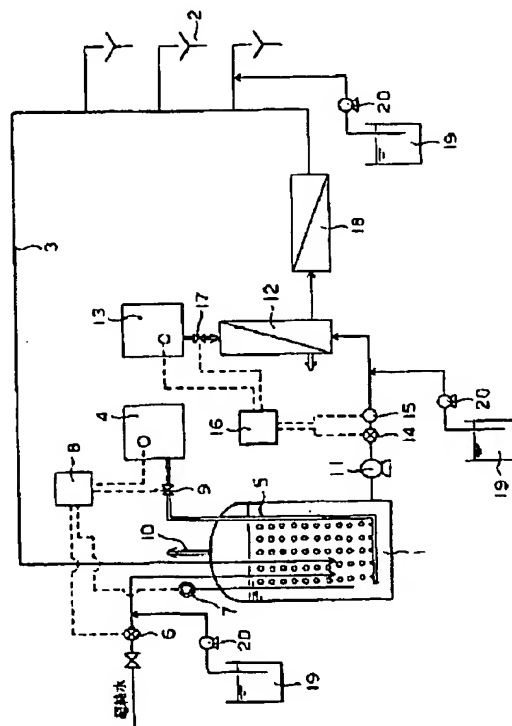
(74) 代理人 弁理士 内山 充

(54) 【発明の名称】 オゾン溶解した超純水の供給装置

(57) 【要約】

【課題】 オゾンを溶解した超純水を、所定の濃度で必要な量だけユースポイントに安定して供給することができるオゾン溶解した超純水の供給装置を提供する。

【解決手段】 (A) ユースポイントで使用されなかったオゾン溶解超純水と補給される超純水を保持する貯槽、(B) 貯槽にオゾン含有ガスを吹き込む装置、(C) 貯槽に補給される超純水の量に応じて吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第 1 の制御機構、(D) 貯槽からオゾン溶解超純水を流出させる送水ポンプ、(E) 貯槽からの流出水にオゾン含有ガスを接触させるオゾン溶解装置、(F) 貯槽からの流出水の量と溶解オゾン濃度に応じて、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第 2 の制御機構、及び (G) オゾン溶解装置からの流出水をユースポイントに送給し、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾン溶解超純水を貯槽に返送する配管を有することを特徴とするオゾン溶解した超純水の供給装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾン溶解した超純水と補給される超純水の混合水を保持する密閉式の貯槽、(B) 貯槽にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを吹き込むオゾン含有ガス吹き込み装置、(C) 貯槽に補給される超純水の量に応じて吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第 1 の制御機構、(D) 貯槽からオゾン溶解した超純水を流出させる送水ポンプ、(E) 貯槽からの流出水にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを接触させて水中にオゾンを溶解させるオゾン溶解装置、(F) 貯槽からの流出水の量と溶解オゾン濃度に応じて、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第 2 の制御機構、及び (G) オゾン溶解装置からの流出水をユースポイントに送給し、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾン溶解した超純水を貯槽に返送する配管を有することを特徴とするオゾン溶解した超純水の供給装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、オゾンを溶解した超純水の供給装置に関する。さらに詳しくは、本発明は、半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などの電子材料を扱う産業において行われるウェット洗浄工程に、オゾンを溶解した洗浄用の超純水を供給するためのオゾンを溶解した超純水の供給装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来より、半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板などは、RCA 洗浄と呼ばれる、硫酸と過酸化水素水の混合液、塩酸と過酸化水素水と水の混合液、アンモニア水と過酸化水素水と水の混合液など、過酸化水素をベースとする濃厚薬液を用いた高温洗浄により清浄化されていた。この洗浄法を採用した場合の多大な薬液コスト、リンス用の超純水コスト、廃液処理コスト、薬品蒸気を排気し新たに清浄空気を作る空調コストを低減し、さらに水の大量使用、薬物の大量廃棄、排ガスの放出といった環境への負荷を低減するために、近年ウェット洗浄工程の見直しが進められている。例えば、特開平 7-14817 号公報には、シリコンウエハの洗浄において、薬液使用量の減少、洗浄時間の短縮、使用薬品数の減少、廃液回収の容易さ、設備投資の減少を可能にする洗浄方法及び装置として、被洗浄物を洗浄槽内に水平に配置し、被洗浄物を回転させつつ、薬液流を被洗浄物表面上方から連続的に供給する薬液洗浄工程と、超純水を供給する超純水洗浄工程を同一洗浄槽内において順次行い、最初の薬液としてオゾン添加超純水を用いる方法及び装置が提案されている。また、本発明者らは、先に特開平 8-316187 号公報において、高濃度の塩酸や過酸化水素などの薬品を使用することなく、効率よく半導体基板上の金属汚染物及び有機汚染物の除

去を可能にし、洗浄後の廃液処理を容易にする洗浄方法として、塩素化合物を含む酸性水溶液にオゾンを吹き込んで調製した洗浄水を用いる洗浄方法を提案した。オゾン含有ガスは、超純水の電気分解や、空気又は酸素を原料とした無声放電などによって得ることができる。オゾン含有ガスを、耐オゾン性を有する気体透過膜を介して超純水と接触させたり、水槽でのバブリングや、配管に注入するラインミキシングによって直接超純水と接触させることによって、超純水に安定的にオゾンを溶解することができる。超純水に溶解したオゾンは、数 ppm という低い濃度であっても非常に強い酸化力を示し、有機物や金属の除去に高い効果を発揮する。しかし、オゾンの水への溶解度は比較的小さく、また自己分解によって酸素となるので、高濃度のオゾンを溶解した超純水を調製し、それを希釈して濃度を調整するには限界がある。一方、現実の洗浄工程では、オゾンを溶解した超純水の必要量は必ずしも一定でないために、流量変動に対応して一定濃度のオゾンを溶解した超純水を供給することが困難な点に実用上の問題がある。そのため、水の使用量を犠牲にして、使用量が少ないときにも一定流量で一定濃度のオゾン含有超純水を通水し続けるような手段が取られていた。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、半導体用シリコン基板、液晶用ガラス基板、電子工業で用いられる精密部材など、極めて清浄な表面が求められる電子材料の洗浄工程において、オゾンを溶解した超純水を、ユースポイントにおける使用量が変動した場合も実質的な濃度の変化を起こすことなく、必要以上のオゾンを発生させることなく、さらに未使用のオゾンを溶解した超純水を廃棄することなしに、所定の濃度で必要な量だけユースポイントに供給することができるオゾンを溶解した超純水の供給装置を提供することを目的としてなされたものである。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記の課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾンを溶解した超純水と補給される超純水の混合水を保持する貯槽を設け、補給される超純水の量に応じて貯槽にオゾン含有ガスを吹き込み、貯槽から流出する超純水の量と溶解オゾン濃度に応じて、超純水中にオゾンを追加して溶解することにより、超純水に溶解したオゾン濃度を一定に保ち、未使用のオゾンを溶解した超純水を排出することなく、必要最小限のオゾンを用いて、ユースポイントへ一定濃度のオゾンを溶解した超純水を供給することが可能となることを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、(1) (A) ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾンを溶解した超純水と補給される超純水の混合水を保持する密閉式の貯槽、

(B) 貯槽にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを吹き込むオゾン含有ガス吹き込み装置、(C) 貯槽に補給される超純水の量に応じて吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第 1 の制御機構、(D) 貯槽からオゾンを溶解した超純水を流出させる送水ポンプ、(E) 貯槽からの流出水にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを接触させて水中にオゾンを溶解させるオゾン溶解装置、(F) 貯槽からの流出水の量と溶解オゾン濃度に応じて、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第 2 の制御機構、及び (G) オゾン溶解装置からの流出水をユースポイントに送給し、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾンを溶解した超純水を貯槽に返送する配管を有することを特徴とするオゾンを溶解した超純水の供給装置、を提供するものである。

さらに、本発明の好ましい態様として、(2) 貯槽内にオゾン含有ガスバブリング管を有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(3) 貯槽が、オゾンを含む気体を排出する排気機構を有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(4) 排出されたオゾンを含む気体中のオゾンを分解処理して放出する排気処理装置を有する第(3)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(5) 第 1 の制御機構が、貯槽の水位又は補給される超純水の量を検出して信号をコントローラーに送り、コントローラーからオゾン発生器とオゾン含有ガス吹き込み量制御装置に信号を送って、吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(6) 第 2 の制御機構が、流出水の量と溶解オゾン濃度を検出して信号をコントローラーに送り、コントローラーからオゾン発生器とオゾン含有ガス供給量制御装置に信号を送って、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(7) オゾン溶解装置とユースポイントの間にフィルターを有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(8) 貯槽に補給する超純水に酸を添加して pH を調整する酸添加装置を有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(9) オゾン溶解装置に流入する又は流出する、超純水又はオゾンを溶解した超純水に酸を添加して pH を調整する酸添加装置を有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、(10) 主配管とユースポイントを結ぶ分岐配管の途中で、ユースポイントへ送液されるオゾンを溶解した超純水に酸を添加して pH を調整する酸添加装置を有する第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、及び、(11) 接液部がすべて耐オゾン性材料で構成されてなる第(1)項記載のオゾンを溶解した超純水の供給装置、を挙げることができる。

【0005】

【発明の実施の形態】 本発明のオゾンを溶解した超純水の供給装置は、(A) ユースポイントで使用されなかった

余剰のオゾンを溶解した超純水と補給される超純水の混合水を保持する密閉式の貯槽、(B) 貯槽にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを吹き込むオゾン含有ガス吹き込み装置、(C) 貯槽に補給される超純水の量に応じて吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第 1 の制御機構、(D) 貯槽からオゾンを溶解した超純水を流出させる送水ポンプ、(E) 貯槽からの流出水にオゾン発生器から供給されるオゾン含有ガスを接触させて水中にオゾンを溶解させるオゾン溶解装置、(F) 貯槽からの流出水の量と溶解オゾン濃度に応じて、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第 2 の制御機構、及び (G) オゾン溶解装置からの流出水をユースポイントに送給し、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾンを溶解した超純水を貯槽に返送する配管を有する。

【0006】 図 1 は、本発明のオゾンを溶解した超純水の供給装置の一態様の説明図である。補給される超純水は、高度に精製した超純水であり、通常、超純水のループ配管から枝分けして供給され、密閉式の貯槽 1 に受け入れられる。ユースポイント 2 で使用されなかった余剰のオゾンを溶解した超純水も、配管 3 を経由して返送され、同じ貯槽 1 に受け入れられる。密閉式の貯槽 1 は、オゾン発生器 4 から供給されるオゾン含有ガスを吹き込むオゾン含有ガス吹き込み装置 5 を有し、オゾン含有ガス吹き込み装置は、貯槽に補給される超純水の量に応じて吹き込むオゾン含有ガスの量を制御する第 1 の制御機構を備える。オゾン発生器には特に制限はなく、例えば、空気又は酸素中で無声放電することによりオゾンを製造する装置などを用いることができる。オゾン発生器で発生したオゾン含有ガスは、超純水の貯槽に直接供給することができる。

第 1 の制御機構の作用方式に特に制限はないが、例えば、超純水の補給配管に設けた流量計 6 又は貯槽に設けた液面計 7 からコントローラー 8 に信号を送り、コントローラーにより超純水の補給量に対応してオゾン発生器 4 の電流値を変動させるとともに、オゾン含有ガス吹き込み量制御装置により吹き込むオゾン含有ガスの量を制御することができる。オゾン含有ガス吹き込み量制御装置としては、例えば、オゾン含有ガス配管のバルブ 9 の開度を調整する方式を用いることができる。

オゾン含有ガス配管は、先端部にオゾン含有ガスバブリング管を設けて貯槽内の超純水に浸漬するように配置し、貯槽の底部近傍からオゾン含有ガスを微細な気泡として超純水中に放出し得る構造とすることが好ましい。なお、オゾン発生器から供給されるオゾン含有ガス配管中に、微粒子除去用のフィルターを設けることが好ましい。

【0007】 密閉式の貯槽には、オゾンを含む気体を排出する排気機構 10 を設けることが好ましい。排気機構を設けることにより、貯槽内において超純水に溶解しなかったオゾンや、オゾンの分解により生成した酸素や、オゾン含有ガス中に含まれるオゾン以外の気体を貯槽外

に排出することができる。排気は、貯槽内の気圧の上昇によって自動的になされるが、必要に応じて送風設備を設けることもできる。貯槽外に排出されたオゾンを含む気体は、さらに排気処理装置によりオゾン进行分解して、無害化処理したのち大氣中に放出することが好ましい。排気処理の方式には特に制限はなく、例えば、活性炭との接触や、紫外線照射などによりオゾン进行分解することができる。本發明装置において、貯槽中のオゾン进行溶解した超純水は、送水ポンプ 1 1 によりさらにオゾン溶解装置 1 2 を経由してユースポイント 2 に送給される。オゾン溶解装置においては、連結されたオゾン発生器 1 3 から送られるオゾン含有ガスを、貯槽より流出するオゾン进行溶解した超純水にさらに溶解させて、ユースポイントに送られるオゾン进行溶解した超純水を設定オゾン濃度とする。オゾン溶解装置の形式には特に制限はなく、例えば、耐オゾン性の気体透過膜を内蔵したモジュールや、バブリング装置、インラインミキシング装置などと気液分離器の組み合わせなどを挙げるることができる。

【 0 0 0 8 】オゾン溶解装置 1 2 は、貯槽からの流出水の量と溶解オゾン濃度に応じて、オゾン溶解装置に供給するオゾン含有ガスの量を制御する第 2 の制御機構を備える。第 2 の制御機構の作用方式に特に制限はないが、例えば、超純水の配管に流量計 1 4 とオゾン濃度計 1 5 を設けてコントローラー 1 6 に信号を送り、コントローラーにより配管中の超純水の流量と溶解オゾン濃度に対応してオゾン発生器 1 3 の電流値を変動させるとともに、オゾン含有ガス供給量制御装置により供給するオゾン含有ガスの量を制御することができる。オゾン含有ガス供給量制御装置としては、例えば、オゾン含有ガス配管のバルブ 1 7 の開度を調整する方式を用いることができる。オゾン発生器には特に制限はなく、例えば、空気又は酸素中で無聲放電することによりオゾン进行製造する装置などを用いることができる。オゾン発生器で発生したオゾン含有ガスは、オゾン进行溶解した超純水の配管に直接供給することができる。オゾン濃度計を設置する位置に特に制限はなく、例えば、主配管に設けることができ、あるいは、主配管から分岐したオゾン濃度測定専用の配管を設けることもできる。本發明装置においては、密閉式の貯槽において、超純水に設定濃度に近い濃度までオゾン进行溶解し、ユースポイントへオゾン进行溶解した超純水を送給する途中の配管においてオゾン濃度を測定し、不足する少量のオゾン进行溶解して設定濃度とするので、オゾン濃度に変動のない設定濃度のオゾン进行溶解した超純水をユースポイントに安定して供給することができる。ユースポイントにおけるオゾン进行溶解した超純水の使用が定常状態に近い場合は、オゾン含有ガスの発生量を一定とし、オゾン濃度計と連結したオゾン含有ガス配管のバルブのみで、オゾン溶解装置へのオゾン含有ガスの供給量を制御することができる。

【 0 0 0 9 】本發明装置においては、オゾン溶解装置と

ユースポイントの間にフィルター 1 8 を設けてオゾン进行溶解した超純水中の微粒子を除去することが好ましい。フィルターの材質は耐オゾン性を有するものであれば特に制限はなく、例えば、マイクロ過膜、限外ろ過膜などの多孔質膜を挙げるることができる。多孔質膜の孔径は、 $0.2 \mu\text{m}$  以下であることが好ましく、 $0.1 \mu\text{m}$  以下であることがより好ましい。本發明装置において、ユースポイントで使用されなかった余剰のオゾン进行溶解した超純水は、配管 3 を通じて密閉式の貯槽 1 に返送される。ユースポイントにおけるオゾン进行溶解した超純水の使用量が少ないときは、返送されるオゾン进行溶解した超純水の量が多くなる。極端な場合として、オゾン进行溶解した超純水がユースポイントにおいて全く使用されないとき、オゾン进行溶解した超純水は、単に配管をループ状に循環し、自己分解で酸素に転換したオゾンに見合う量のオゾン进行溶解させるために、オゾン含有ガスの供給を受けることになる。このような状態が継続すると、次第にオゾン进行溶解した超純水中の溶存酸素濃度が高まり、過飽和となるとオゾンの溶解効率が低下するが、密閉式の貯槽の気相部が大氣圧と釣り合うように排気機構を設けることにより、このような場合にもオゾンの溶解効率を維持することができる。

【 0 0 1 0 】オゾン进行溶解した超純水が使用されると貯槽の水位が下がり、水位の低下を検知する液面計と連動する超純水補給用の自動弁の開度が増し、同時にオゾン进行溶解していない超純水が貯槽に補給される。補給される超純水の量が多い場合、貯槽から送水ポンプで送られるオゾン进行溶解した超純水中のオゾン濃度は、自己分解に加えて、補給水による希釈のために低下する。貯槽からの流出水の溶解オゾン濃度に対応して、オゾン溶解装置へ供給するオゾン含有ガスの量を増加させる第 2 の制御機構のみによっては、オゾン含有ガスの供給量の調節が間に合わず、設定値より低い濃度のオゾン进行溶解した超純水がユースポイントに送られるおそれがある。しかし、本發明装置においては、第 1 の制御機構によって補給される超純水の量と連動して密閉式の貯槽へのオゾン含有ガスの吹き込み量を増加するので、貯槽から送水ポンプで送られるオゾン进行溶解した超純水中のオゾン濃度が急激に低下することがなく、オゾン溶解装置による溶解オゾン濃度の微調整によって、常に安定して設定濃度のオゾン进行溶解した超純水をユースポイントに供給することができる。本發明装置においては、第 1 の制御機構及び第 2 の制御機構のそれぞれにオゾン発生器を設けることができ、あるいは、オゾン発生器を 1 基とし、第 1 の制御機構のコントローラーと第 2 の制御機構のコントローラーからの信号を共通する 1 基のオゾン発生器に送ることもできる。

【 0 0 1 1 】本發明装置においては、必要に応じて酸添加装置を設け、オゾン进行溶解した超純水に高純度の塩酸、硫酸などの酸を添加し、酸性にして用いることがで



きる。オゾン溶解した超純水を酸性にして用いることにより、電子材料などの洗浄効果を一層高めることができる。酸添加装置の形式には特に制限はなく、例えば、酸貯槽 1 9 と酸注入ポンプ 2 0 を組み合わせたものとするることができる。酸添加装置の設置場所には特に制限はなく、例えば、密閉式の貯槽へ補給する超純水の供給配管、オゾン濃度計とオゾン溶解装置の間の配管、個々のユースポイントへの分岐配管などに設置することができる。酸は、オゾンを含む超純水のループ配管中を循環し続けても、減少することがないので、補給する超純水の量と連動させて、貯槽の上流側で酸を注入し、補給する超純水の pH を一定に調整することにより、本発明装置内の超純水をすべてその pH に保つことができる。酸添加装置を個々のユースポイントへの分岐配管に設けることにより、ユースポイントごとに pH の異なるオゾンを溶解した超純水を使用することができる。酸の注入量は、pH 計及びコントローラーを用いて酸注入ポンプを制御し、調節することができる。超純水中に溶解したオゾンの自己分解速度は、pH に大きく依存し、酸性側ではオゾンは比較的安定である。このため、酸添加によって pH を下げたオゾンを溶解した超純水を使用すると、オゾンの自己分解による濃度低下を抑制する効果を付随的に得ることができる。本発明のオゾンを溶解した超純水の供給装置は、接液部がすべて耐オゾン性材料で構成されることが好ましい。耐オゾン性材料は、材料自体がオゾンによる酸化劣化を受けないばかりでなく、オゾンの自己分解を促進する触媒作用を有しないものであることが好ましい。このような耐オゾン性材料としては、例えば、ポリテトラフルオロエチレン、テトラフルオロエチレンパーフルオロアルコキシビニルエーテルコポリマーなどのテフロン樹脂、ポリビニリデンフルオライド、表面不動態化処理を施した金属、石英などを挙げることができる。オゾンを溶解した超純水を供給する装置として、循環水量を使用量に対して多めに設定し、ユースポイントから貯槽に返送する余剰のオゾンを溶解した超純水をいったん全て脱気し、循環系へ補給する超純水と同じ単純な超純水に戻した上で、定期的に供給されるオゾン含有ガスをオゾン溶解装置で溶かし込む装置も考えられる。しかしこのような装置は、オゾンを大量に溶解し、その大部分を脱気することを繰り返すものであり、効率的ではない。本発明装置は、ユースポイントにおいて使用さ

れなかったオゾンを溶解した超純水は、そのまま密閉式の貯槽に返送され、自己分解分に相当するオゾンが補給されたのち、循環して使用されるので、オゾン含有ガスの使用量を必要最小限に抑え、かつ使用水量の変動に対しても、安定したオゾン濃度の超純水を供給することができる。

#### 【 0 0 1 2 】

【発明の効果】本発明装置によれば、電子部品などの洗浄用のオゾンを溶解した超純水の製造供給系において、オゾン含有ガス及びオゾンを溶解した超純水の余剰量を廃棄することなく、使用水量が変動した場合にも設定濃度のオゾンを溶解した超純水を安定してユースポイントに供給することができる。本発明装置によれば、オゾンの消費量は、循環系において自己分解によって失われる量と、使用水量に対応して補給される超純水に見合う量の合計量であり、オゾンが無駄に失われることがない。

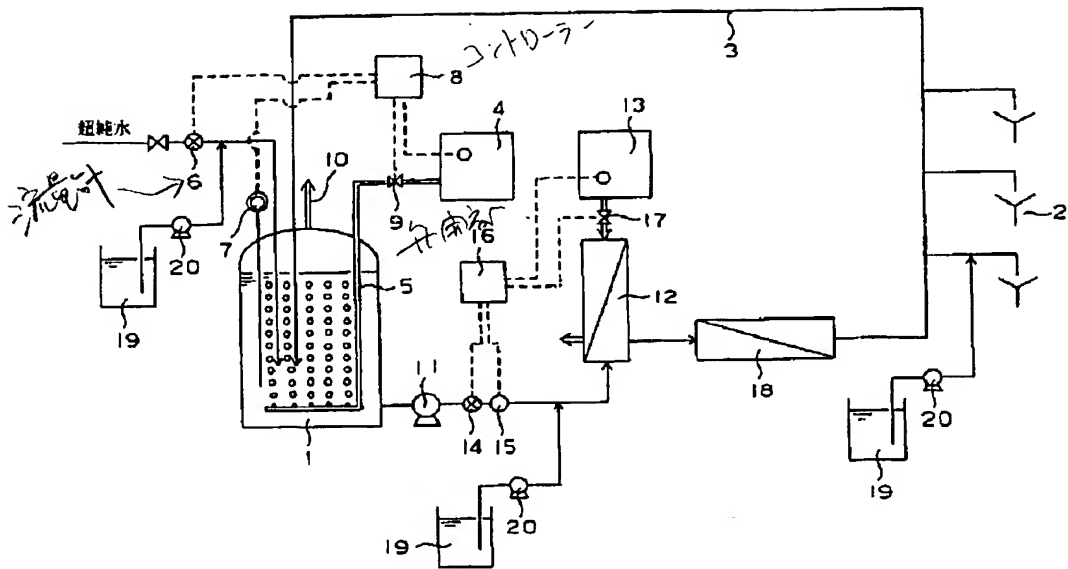
#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】図 1 は、本発明のオゾンを溶解した超純水の供給装置の一様様の説明図である。

#### 【符号の説明】

- 1 貯槽
- 2 ユースポイント
- 3 配管
- 4 オゾン発生器
- 5 オゾン含有ガス吹き込み装置
- 6 流量計
- 7 液面計
- 8 コントローラー
- 9 バルブ
- 10 排気機構
- 11 送水ポンプ
- 12 オゾン溶解装置
- 13 オゾン発生器
- 14 流量計
- 15 オゾン濃度計
- 16 コントローラー
- 17 バルブ
- 18 フィルター
- 19 酸貯槽
- 20 酸注入ポンプ

【図 1】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**